

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-225970

(43)Date of publication of application : 12.08.2003

(51)Int.Cl.

B32B 17/10

H05B 33/04

H05B 33/14

(21)Application number : 2002-025827

(71)Applicant : KANSAI RESEARCH INSTITUTE

(22)Date of filing : 01.02.2002

(72)Inventor : YAMAGUCHI HIDEKI

(54) GAS BARRIER LAMINATED FILM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a flexible and transparent film having gas barrier properties which can be applied to a sealing film of an organic electroluminescent element.

SOLUTION: The gas barrier laminate film comprises at least two layers of a transparent plastic film base having a visible light total ray transmittance of 80% or more and a glass thin film having a thickness of 10 nm to 1 μ m. A thermal decomposing temperature of the plastic film base is a softening temperature or higher of the used glass. The laminated film is formed by forming the glass thin film on the plastic film base, and heat treating the film at a temperature of the softening temperature of the glass to the thermal decomposing temperature.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

28.01.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2003-225970
(P2003-225970A)

(43) 公開日 平成15年8月12日 (2003.8.12)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード (参考)
B 3 2 B 17/10		B 3 2 B 17/10	3 K 0 0 7
H 0 5 B 33/04		H 0 5 B 33/04	4 F 1 0 0
33/14		33/14	A

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願2002-25827(P2002-25827)

(22) 出願日 平成14年2月1日 (2002.2.1)

(71) 出願人 591167430
株式会社関西新技術研究所
大阪府大阪市中央区平野町4丁目1-2
(72) 発明者 山口 日出樹
京都府京都市下京区中堂寺南町17番地 株
式会社関西新技術研究所内
(74) 代理人 100109737
弁理士 岡崎 豊野

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ガスバリア性積層フィルム

(57) 【要約】

【課題】有機電界発光素子の封止膜に適用できるガスバリア性を有した柔軟で透明なフィルムを提供する。

【解決手段】ガスバリア性積層フィルムは、可視光全光線透過率が80%以上の透明なプラスチックフィルム基材と厚みが10nmから1μmのガラス薄膜の少なくとも2層を有する。プラスチックフィルム基材の熱分解温度が、使用するガラスの軟化温度以上であり、このプラスチックフィルム基材上にガラス薄膜を形成した後、前記ガラスの軟化温度以上であって前記熱分解温度以下の温度で熱処理を行う等して積層膜を形成する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 可視光全光線透過率が80%以上のプラスチックフィルム基材と、厚みが10nm~1μmのガラス薄膜との少なくとも2層を有するガスバリア性積層フィルム。

【請求項2】 前記プラスチックフィルム基材の熱分解温度が、使用するガラスの軟化温度以上であり、このプラスチックフィルム基材上にガラス薄膜を形成した後、前記ガラスの軟化温度以上であって前記熱分解温度以下の温度で熱処理を行って積層膜を形成してなることを特徴とする請求項1記載のガスバリア性積層フィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、透明基材上にガラス薄膜を形成することによって優れたガスバリア性を有する透明ガスバリア性フィルムに関する。さらに詳しくは、有機電界発光素子のガスバリア層として必要なバリア性を有したガスバリア性積層フィルムに関するものである。

【0002】

【従来の技術】電界発光素子は、古くから研究されZnS等の無機材料を用いた素子では発光駆動電圧が200V程度と高いことが知られている。また、近年では有機電界発光素子の開発がさかに行われ、10V以下で十分な発光特性が得られるようになってきている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】このような有機電界発光素子の実用化にとって最も大きな課題の1つは信頼性の確保であり、具体的には、ダークスポットと呼ばれる非発光領域の生成を防ぎ、輝度の低下を抑えることである。ダークスポットは、素子内部に侵入した水分や酸素により促進されるため、これらガスの侵入を防ぐ封止材料が必要不可欠となっている。

【0004】一方、透明バリア材としてはプラスチックを積層したフィルムやプラスチック基材上に真空成膜法により無機薄膜を形成した積層フィルムがあり、各種包装用として利用されている。しかし、有機電界発光素子基板にはこれらの千から十万倍ともいわれる厳しいガスバリア性が求められており、未だこれを満足する画期的な技術は報告されていない。

【0005】従って、本発明の目的は、有機電界発光素子の封止膜に適用できるガスバリア性を有した柔軟で透明なフィルムを提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記目的を達成するために、鋭意検討した結果、透明なプラスチック基材とガラス薄膜を積層することによってガスバリアの優れた透明で柔軟性を有するフィルムが得られることを見出した。

【0007】すなわち、請求項1のガスバリア性積層フ

ィルムは、上記の課題を解決するために、可視光全光線透過率が80%以上のプラスチックフィルム基材と、厚みが10nm~1μmのガラス薄膜との少なくとも2層を有することを特徴としている。

【0008】請求項2のガスバリア性積層フィルムは、上記の課題を解決するために、前記プラスチックフィルム基材の熱分解温度が、使用するガラスの軟化温度以上であり、このプラスチックフィルム基材上にガラス薄膜を形成した後、前記ガラスの軟化温度以上であって前記熱分解温度以下の温度で熱処理を行って積層膜を形成してなることを特徴としている。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明は、次の構成、すなわち、可視光全光線透過率が80%以上の透明なプラスチックフィルム基材と厚みが10nmから1μmのガラス薄膜との、少なくとも2層の積層膜を有するガスバリア性積層フィルムである。

【0010】前記プラスチックフィルムの熱分解温度が、使用するガラスの軟化温度以上であり、このプラスチックフィルム上にガラス薄膜を形成した後、ガラスの軟化温度以上であって基材の分解温度以下の温度で熱処理を行って積層膜を形成することが好ましい。

【0011】ガラスは、一旦熔融温度以上で熔融状態を経て緻密化した透明なものが使用できるが、好ましくは軟化温度が700℃以下のガラスを用いる。ガラスの厚みは10nm~1μmの範囲内に調整する。10nmよりも薄い場合には、ピンホール等の欠陥が生じやすく十分なガスバリア性が得られない場合がある。また、1μmよりも厚い場合には、ガスバリア積層フィルムとして十分な柔軟性が得られず、割れや剥離が生じることによりバリア性の大幅な低下がみられる場合があり好ましくない。

【0012】ガラスと基材との積層方法としては、例えばソーダガラスを熔融成形して薄膜を作製し、接着剤を介して積層する方法がある。この場合のプラスチックフィルム基材原料としては、可視光全光線透過率が80%以上の透明フィルムとして利用されるような原料であれば特に限定されない。具体的な例としては、ポリエチレンテレフタレート等のポリエステル系樹脂、ナイロン6、ナイロン12、共重合ナイロン等のポリアミド樹脂、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等の非晶性ポリオレフィン、三酢酸セルロース、セロハン等のセルロース系樹脂、ポリビニルアルコール、エチレン-酢酸ビニル共重合体加水分解物、ポリ塩化ビニリデン、ポリ塩化ビニル、ポリイミド等を挙げることができるが、好ましくはポリエステルである。

【0013】また、耐熱性の高いプラスチック基材上に直接ガラス薄膜を形成し、軟化温度以上に加熱して緻密化する方法がある。ガラス薄膜形成法としては、ガラス微粒子を分散したペーストやゾルゲル法を用いた塗料などを塗布して成膜する方法やスパッタ等の真空成膜法を

用いてもよい。成膜後にはガラスの軟化温度以上であって基材の分解温度以下の温度で熱処理を行ないガラス薄膜の緻密化を行う。このため、ガラスは低融点のガラスが好ましく、基材としてはガラスの軟化温度以上の耐熱性を有する高耐熱性基材を用いる必要がある。また、熱処理時には、同時に圧力を加えることが望ましい。

【0014】低融点のガラスとしては、鉛系低融点ガラス、リン酸系低融点ガラス等の各種低融点ガラスを用いることができるが、プラスチック基材の耐熱性を考慮すると400℃以下の軟化温度を持つ融点の低いものが好ましい。

【0015】耐熱性透明プラスチック基材としては、用いるガラスの軟化温度で熱分解しないものであれば限定されず、ポリイミド、ポリシルセスキオキサン等のフィルムを用いることができる。

【0016】また、本発明の積層フィルムには用途等に依じて、更に種々のラミネート層が形成されても良い。

【0017】

【実施例】以下、本発明を実施例によりさらに具体的に説明するが、本発明はこれら実施例により限定されるものではない。

【0018】【実施例1】市販のソーダガラスを溶融し、ガラス細工によりシャボン玉状の薄膜を形成すると同時に、予め片面に粘着剤を塗布した厚み25μmの二軸延伸ポリエステルフィルムの粘着面に張り合わせて透明な積層膜を作製した。これを、一辺が12cm正方形に切断して評価用の試料とした。ガラス層の厚みは570nmであった。酸素および水蒸気透過度を同圧法により20℃、80%RHの条件で測定した。いずれのガスについても0.01以下であった。単位は酸素がcc/m²/day、水蒸気がg/m²/dayである。また、直径3cmの筒に巻きつけても割れや剥離は発生しなかった。

【0019】【実施例2】実施例1と同様な操作で、ガラス層の厚みは390nmの積層フィルムを作製した。酸素 *

*および水蒸気透過度は、いずれのガスについても0.01以下であった。また、直径3cmの筒に巻きつけても割れや剥離は発生しなかった。

【0020】【比較例1】実施例1と同様な操作で、ガラス層の厚みは1320nmの積層フィルムを作製した。酸素および水蒸気透過度は、いずれのガスについても0.01以下であった。しかし、直径3cmの筒に巻きつけると割れが発生し、剥離が見られた。

【0021】【実施例3】軟化温度が340℃のリン酸-亜鉛系低融点ガラス粉末をさらに粉碎し、エタノールに分散して静置した。沈降した成分を除去し、上澄みの分散液を得た。この分散液の濃度は1.3%であった。これにテトラエトキシシランをリン酸で加水分解したシリケートソルを固形分に対して5重量部バインダーと添加し、厚みが6μmのポリフェニルシルセスキオキサンフィルムに塗布し、110℃で1時間乾燥後、350℃で10分間熱処理を行った。さらに、同じ厚みのポリフェニルシルセスキオキサンフィルムをガラス膜上に積層し、370℃、3MPaで3分間プレスして積層フィルムを得た。ガラス層の厚みは680nmであった。酸素および水蒸気透過度は、いずれのガスについても0.01以下であった。また、直径3cmの筒に巻きつけても割れや剥離は発生しなかった。

【0022】【比較例2】実施例3と同様な操作で、プレス温度を300℃としてガラス層の厚みが720nmの積層フィルムを作製した。酸素透過度は、95であった。

【0023】

【発明の効果】以上に述べたように本発明によれば、ガラス薄膜をプラスチック基材上に積層することによって、高度なガスバリア性を持ち、さらに透明性および柔軟性に優れたフィルムが得られる。かかる積層フィルムは、有機電界発光素子をはじめ水蒸気や酸素等の各種ガスの遮断を必要とする物品の包装用フィルムとして有用である。

フロントページの続き

Fターム(参考) 3K007 AB08 AB12 AB13 BA07 BB01
DB03
4F100 AG00B AK01A AK41 AT00A
BA02 EC18 EC182 GB41
JA05A JD02 JK17 JN01A
YY00B